



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) V röffentlichungsnummer : 0 468 921 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer : 91810568.5

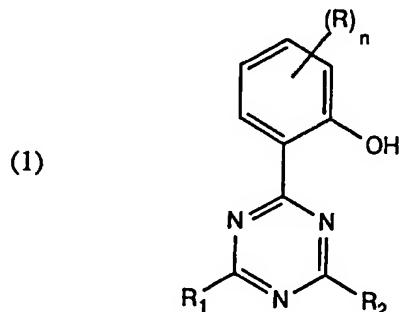
(51) Int. Cl.⁶ : D06P 1/642, D06P 1/651,
D06P 3/52, D06P 3/54

(22) Anmeldetag : 15.07.91

(30) Priorität : 23.07.90 CH 2430/90

(72) Erfinder : Jöllenbeck, Martin, Dr.
Guntramstrasse 39
W-7800 Freiburg (DE)
Erfinder : Zelger, Josef
Paradiesstrasse 1
CH-4125 Riehen (CH)(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung :
29.01.92 Patentblatt 92/05(84) Benannte Vertragsstaaten :
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE(71) Anmelder : CIBA-GEIGY AG
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel (CH)

(54) Wässrige Dispersion schwerlöslicher UV-Absorber.

(57) Wässrige stabile Dispersionen von UV-absorbierenden s-Triazinverbindungen enthaltend
(a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer n-Triazinverbindung der Formel

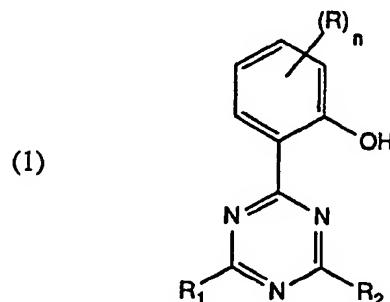
behandelt, worin R, R₁, R₂ und n die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben, und
 (b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und
 (c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung, mit der Massgabe, dass von den Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.
 Diese Dispersionen sind ausgezeichnete Mittel zum Verbessern der Lichtechtheit von Färbungen auf Synthesefasern insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierten Polyesterfasern.

EP 0 468 921 A1

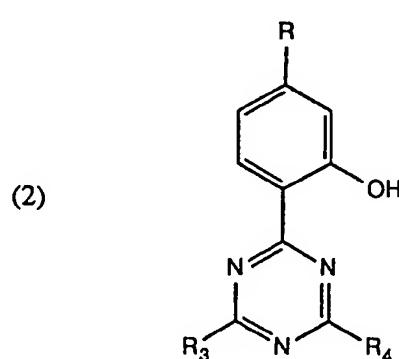
EP 0 468 921 A1

Die vorliegende Erfindung betrifft eine wässrige Dispersion von schwerlöslichen UV-Absorbern und ihre Verwendung beim Färben von Synthesefasern, insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierte Polyesterfasern.

5 Die erfindungsgemäße wässrige Dispersion ist dadurch gekennzeichnet, dass sie
 (a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer s-Triazinverbindung der Formel



20 worin
 R niedrig Alkyl, niedrig Alkoxy, Halogen oder Hydroxy,
 R₁ und R₂ unabhängig voneinander C₁-C₁₈-Alkyl, durch Hydroxy, niedrig Alkoxy, niedrig Alkylothio, Amino oder Mono- oder Di-alkylamino substituiertes C₁-C₁₈-Alkyl, Phenyl oder durch Chlor, Hydroxy, niedrig Alkyl und/oder niedrig Alkoxy substituiertes Phenyl und
 25 n 0, 1 oder 2 bedeuten,
 (b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und
 (c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung enthält, mit der Massgabe, dass von den Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.
 Vorteilhafterweise enthält die erfindungsgemäße wässrige Dispersion 10 bis 45 Gewichtsprozent der
 30 Komponente (a), 0,5 bis 15 Gewichtsprozent der Komponente (b) und 0,5-15 Gew.proz. der Komponente (c).
 Komponente (a) hat zweckmässigerweise eine Partikelgrösse unter 5 µm.
 Sowohl Komponente (a) als auch die Komponenten (b) und (c) können als Einzelverbindung oder in Form eines Gemisches vorhanden sein.
 Stellen die Substituenten R₁ und R₂ eine Alkylgruppe dar, so kann sie geradkettig oder verzweigt sein. Beispiele solcher Alkylreste sind Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek.-Butyl, tert.-Butyl, Amyl, Isoamyl, tert.-Amyl, n-Hexyl, 2-Ethylhexyl, n-Heptyl, n-Octyl, Isooctyl, n-Nonyl, Isononyl, n-Dodecyl, Heptadecyl oder Octadecyl.
 35 R, R₁ und R₂ als niedrig Alkyl, Alkoxy oder Alkylothio stellen einen Rest mit 1 bis 4 C-Atomen, wie Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, sek.-Butyl, tert.-Butyl, Methoxy, Ethoxy, Propoxy, Isoproxy, Butoxy, Isobutoxy, sek.-Butoxy, tert.-Butoxy, Methylthio, Ethylthio, Propylthio, Isopropylthio, Butylthio, Isobutylthio, sek.-Butylthio oder tert.-Butylthio dar.
 40 Halogen bedeutet beispielsweise Fluor, Brom oder vorzugsweise Chlor.
 Praktisch wichtige Komponenten (a) entsprechen der Formel



EP 0 468 921 A1

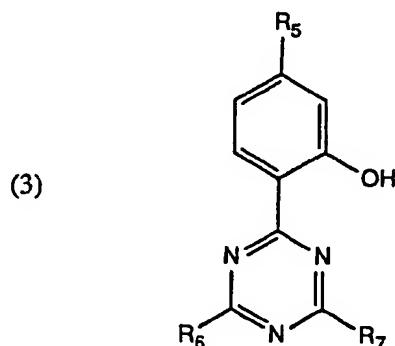
worin

R die oben angegebene Bedeutung hat und

R₃ und R₄ unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl oder durch niedrige Alkyl und/oder niedrige Alkoxy substituiertes Phenyl bedeuten, und bevorzugt der Formel

5

10



15

20

worin

R₅ niedrige Alkyl oder niedrige Alkoxy und

R₆ und R₇ unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenyl bedeuten.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel (1), worin R niedrige Alkoxy und R₁ und R₂ je Phenyl bedeuten.

Die auch als UV-Absorber bekannten Verbindungen der Formeln (1), (2) und (3), sind bekannt oder können in an sich bekannter Weise hergestellt werden, so z.B. durch Erhitzen eines Amidins und eines o-Hydroxybenzolcarbonsäureesters, vorzugsweise im ungefähren molaren Mengenverhältnis von 2:1 in siedenden, organischen Lösungsmitteln [cf. US 3,896,125 und Helv. Chim. Acta 55, 1566-1595 (1972)].

30 Geeignete Verbindungen der Formeln (1), (2) und (3) sind z.B.

2-(2'-Hydroxy-5'-methylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 131 °C;

2-(2'-Hydroxy-3',5'-dimethylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 177°C;

2-(2'-Hydroxy-4',5'-dimethylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; λ 349 μm; T 48 %;

2-(2'-Hydroxy-4',5'-dimethylphenyl)-4,6-diethyl-s-triazin; F. 98°C;

35 2-(2'-Hydroxy-5'-chlorphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 160°C;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; F. 133°C;

2-(2'-Hydroxy-5'-tert.-butylphenyl)-4,6-dimethyl-s-triazin; λ 352 μm; T 60 %;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-didecyl-s-triazin; F. 53°C;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dinonyl-s-triazin; F. 45°C;

40 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-diheptadecyl-s-triazin; λ 338 μm; T 80 %;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-dipropyl-s-triazin; F. 18 bis 20°C;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-methylmercaptoproethyl)-s-triazin λ 341 μm; T 60 %;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-dimethylaminoethyl)-s-triazin; λ 340 μm; T 63 %;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-bis-(β-butylaminoethyl)-s-triazin; λ 341 μm; T 66 %;

45 2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-di-tert.-butyl-s-triazin; λ 338 μm; T 68 %;

2-(2'-Hydroxyphenyl)-4,6-diocetyl-s-triazin; F. 40°C;

2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 204-205°C

2-(2'-Hydroxy-4'-ethoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 201-202°C und

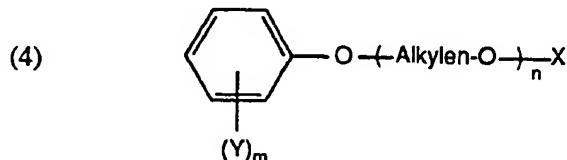
2-(2'-Hydroxy-4'-isopropyl)-4,6-diphenyl-s-triazin; F. 181-182°C.

50 (T = prozentuale Transmission einer Lösung von 1 mg Substanz in 100 ml Chloroform bei 1 cm Schichtdicke)

Als Komponente (b) kommen Verbindungen in Betracht, die aus der Gruppe der

(ba) sauren Ester oder deren Salze von Alkylenoxidaddukten der Formel

EP 0 468 921 A1



5

worin X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure, wie z.B. Schwefelsäure oder vorzugsweise Phosphorsäure, oder auch den Rest einer organischen Säure und

Y C₁-C₁₂-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeuten,

"Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht, und

m 1 bis 4 und n 4 bis 50 sind,

(bb) Polystyrolsulfonate,

(bc) Fettsäuretauride,

(bd) alkylierten Diphenyloxid-mono- oder di-sulfonate,

(be) Sulfonate von Polycarbonsäureestern,

(bf) mit einer organischen Dicarbonsäure, oder einer anorganischen mehrbasischen Säure in einen sauren Ester übergeführte Anlagerungsprodukte von 1 bis 60, vorzugsweise 2 bis 30 Mol, Ethylenoxid und/oder

Propylenoxid an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole je mit 8 bis 22 kohlenstoffatomen oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 kohlenstoffatomen,

(bg) Ligninsulfonate und.

(bh) Formaldehyd-kondensationsprodukte ausgewählt sind.

Der Säurerest X in Formel (4) leitet sich beispielsweise von niedermolekularen Dicarbonsäuren ab, wie z.B. von Maleinsäure, Bernsteinsäure oder Sulfobernsteinsäure, und ist über eine Esterbrücke mit dem Alkyleneoxyteil des Moleküls verbunden. Insbesondere leitet sich X jedoch von anorganischen mehrbasischen Säuren, wie Schwefelsäure oder insbesondere Orthophosphorsäure ab.

Der Säurerest X kann als freie Säure oder in Salzform, d.h. z.B. als Alkalimetall-, Erdalkali-, Ammonium-, Amin- oder Fettaminsalz, vorliegen. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, Kalium-, Barium-, Magnesium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Diethylamin-, Ethanolamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze. Bevorzugt sind Alkalimetallsalze oder vor allem Triethanolaminsalze. Die Mono- bzw. Diethanolaminsalze sowie Amine und Fettamine können noch weiter mit 1 bis 25 Oxalkylen-Einheiten verestert sein.

Stellt der Substituent Y in Formel (4) eine Alkylgruppe dar, so kann sie geradkettig oder verzweigt sein. Beispiele solcher Alkylreste sind Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek. Butyl, tert. Butyl, Amyl, Isoamyl, tert. Amyl, n-Hexyl, 2-Ethylhexyl, n-Heptyl, n-Octyl, Isooctyl, n-Nonyl, Isononyl oder n-Dodecyl.

Y in der Bedeutung von Aralkyl weist vorteilhafterweise insgesamt 7 bis 9 Kohlenstoffatome auf und steht in der Regel für Benzyl, α-Methylbenzyl, α,α-Dimethylbenzyl, β-Phenethyl, α-Tolylethyl oder Phenisopropyl.

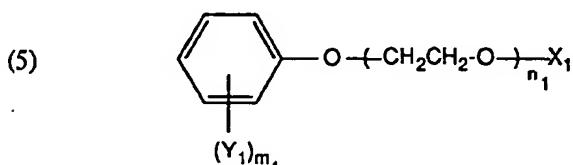
Der Substituent Y in Formel (4) ist vorteilhafterweise C₄-C₁₂-Alkyl, Benzyl, vorzugsweise C₄-C₁₀-Alkyl oder besonders α-Methylbenzyl.

Der Substituent Y kann auch verschiedene der angegebenen Bedeutungen annehmen.
n ist bevorzugt 6 bis 30, während m vorzugsweise 1 bis 3 ist.

$(\text{Alkylen-O-})_n$ Ketten

45 sind bevorzugt vom Ethyenglykol-, Propylenethylen glykol oder Ethylenpropylen glykol-Typus; besonders bevorzugt ist erstere.

Bevorzugte saure Ester als Komponente (ba) entsprechen der Formel



55

worin Y₁ C₄-C₁₂-Alkyl, Phenyl, Tollyl, Tollyl-C₁-C₃-alkyl oder Phenyl-C₁-C₃-alkyl, wie z.B. α-Methyl- oder α,α-Dimethylbenzyl bedeutet, X₁ ein Säurerest ist, der sich von Schwefelsäure oder vorzugsweise o-Phosphor-

EP 0 468 921 A1

säure ableitet, und m_1 1 bis 3 und n_1 4 bis 40 sind.

Diese sauren Ester liegen vorzugsweise als Natrium-, Kalium-, Ammonium-, Diethylamin-, Triethylamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze vor.

Die als Komponente (ba) in Frage kommenden sauren Ester der Formel (4) oder (5) werden hergestellt, indem man Alkylenoxid (Ethylenoxid oder Propylenoxid) an eine definitionsgemäss substituierte Phenolverbindung anlagert und das Anlagerungsprodukt mit einer mehrbasischen Sauerstoffsäure oder einem funktionellen Derivat dieser Säure, wie z.B. Säureanhydride, Säurehalogenide, Säureester oder Säureamide in die sauren Ester und gegebenenfalls den erhaltenen sauren Ester in die obengenannten Salze überführt. Als Beispiele dieser funktionellen Derivate seien Phosphorpentoxid, Phosphoroxytrichlorid, Chlorsulfonsäure oder Sulfaminsäure genannt. Sowohl die Alkylenoxidanlagerung als auch die Veresterung können nach bekannten Methoden durchgeführt werden.

Gut geeignete Komponenten (ba) sind saure Ester oder deren Salze eines Polyadduktes von 4 bis 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines Phenols, das mindestens eine C_4-C_{12} -Alkylgruppe, eine Phenylgruppe, eine Tolylgruppe, eine α -Tolylethylgruppe, eine Benzylgruppe, eine α -Methylbenzylgruppe oder eine α,α -Dimethylbenzylgruppe aufweist, wie z.B. Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, Nonylphenol, Dinonylphenol, o-Phenylphenol, Benzylphenol, Dibenzylphenol, α -Tolylethylphenol, Dibenzyl-(nonyl)-phenol, α -Methylbenzylphenol, Bis-(α -Methylbenzyl)-phenol oder Tris-(α -methylbenzyl)-phenol, wobei diese sauren Ester einzeln oder in Mischung verwendet werden können.

Von besonderem Interesse sind saure Phosphorsäureester der Addukte von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol 1 Mol Dinonylphenol oder besonders an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenole hergestellt werden, wobei die Phosphorsäureester zweckmässigerweise als Gemische der entsprechenden Salze eines Mono- oder Diesters vorhanden sind.

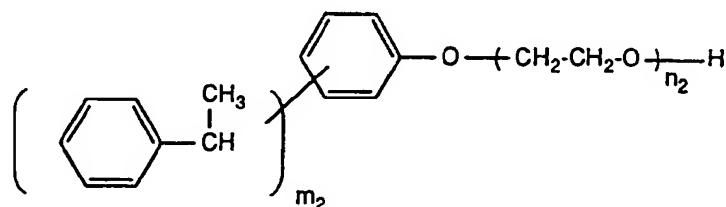
Die Herstellung der Styrolanlagerungsprodukte erfolgt in bekannter Weise vorzugsweise in Gegenwart von Katalysatoren, wie Schwefelsäure, p-Toluolsulfonsäure oder vor allem Zinkchlorid. Als Styrole kommen zweckmässigerweise Styrol, α -Methylstyrol oder Vinyltoluol (4-Methylstyrol) in Betracht. Beispiele für die Phenole sind Phenol, Kresole oder Xylenole.

Ganz besonders bevorzugt als Komponente (ba) sind saure Phosphorsäureester (Mono- und Diester) oder deren Salze von Oxalkylierungsprodukten der Formel

30

35

(6)



worin m_2 1 bis 3 und n_2 8 bis 30, vorzugsweise 12 bis 20 bedeuten.

Als Beispiele für Oxalkylierungsprodukte der Formeln (5) und (6) seien im einzelnen genannt:

- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol

- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol

- Oxalkylierungsprodukt mit 27 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2 Mol 4-Methylstyrol an 1 Mol Phenol

- Oxalkylierungsprodukt mit 17 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 3 Mol 4-Methylstyrol an 1 Mol Phenol

- Oxalkylierungsprodukt mit 18 Ethylenoxideinheiten des Gemisches aus einem Anlagerungsprodukt von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und einem Anlagerungsprodukt von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol

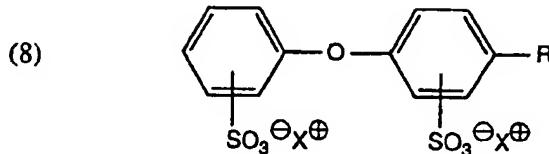
- Oxalkylierungsprodukt mit 13 Ethylenoxideinheiten des Gemisches aus einem Anlagerungsprodukt von 2 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und einem Anlagerungsprodukt von 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol.

Als Beispiele für die unter (bc) bis (bh) erwähnten anionischen Verbindungen seien genannt:

- als Komponente (bc) z.B. Verbindungen der Formel (7) $R-CO-NH-CH_2-CH_2-SO_3H$ worin $R C_{11}-C_{17}$ -Alkyl ist (vgl. z.B. US-A-4 219 480)

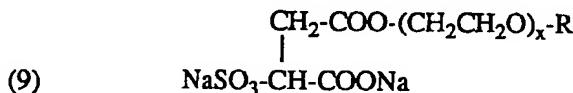
- als Komponente (bd) z.B. Verbindungen der Formel (8)

EP 0 468 921 A1



5

10 worin R $C_{10\text{-}C_{18}}$ -Alkyl und X Wasserstoff oder Alkalimetall bedeuten;
– als Komponente (be) z.B. Dihexylsulfosuccinate, Di-2-ethylhexylsulfosuccinate, Dioctylsulfosuccinate, Sulfosuccinamide oder Verbindungen der Formel



15

20 worin R C₆-C₁₈-Alkyl oder Alkylphenol mit 4 bis 12 C-Atomen im Alkylteil und x 1 bis 10, vorzugsweise 2 bis 4 bedeuten.

- als Komponente (bf) mit z.B. Maleinsäure, Malonsäure, Sulfobernsteinsäure und vorzugsweise o-Phosphorsäure oder insbesondere Schwefelsäure in einen sauren Ester überführen Anlagerungsprodukte von 2 bis 20-Methylcyclohexen-Fettsäuren, Fettsäuremethylesteren oder Fettsäureketonen oder 2,6-heptadienoic Alkyl ester

– als Komponente (bh) z.B. Kondensationsprodukte von Ligninsulfonaten und/oder Phenol und Formaldehyd; Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit aromatischen Sulfonäuren wie Isobutyrosulfon-

25 hyd, Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit aromatischen Sulfinsäuren, wie Kondensationspro-
dukte von Ditolyethersulfonaten und Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Naphthalinsulfinsäure
und/oder Naphthol- oder Naphthylaminsulfinsäuren mit Formaldehyd, Kondensationsprodukte von Phe-
nolsulfinsäuren und/oder sulfonierte Dihydroxydiphenylsulfon und Phenolen bzw. Kresolen mit Formal-
dehyd und/oder Harnstoff sowie Kondensationsprodukte von Diphenyloxid-disulfinsäure-Derivaten mit
Formaldehyd in Betracht.

Als Komponente (bh) sind besonders bevorzugt – Kondensationsprodukte von Ditolyethersulfonaten und Formaldehyd wie sie z.B. in US-A-4386037

– Kondensationsprodukte von Phenol und Formaldehyd mit Irgainsulfonaten, wie sie z.B. in IIS-A- beschrieben sind,

– Kondensationsprodukte von Phenol und Formaldehyd mit Zitronensäureaten, wie sie z.B. in US-A.-Patent-Nr. 3931072 beschrieben sind,

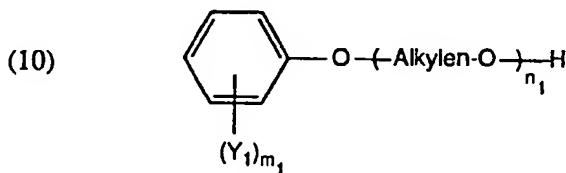
- Kondensationsprodukte von Naphtal-(2)-sulfinsäure-3, Kresol, Naphthobisimid und Formaldehyd [vgl. FIAT-Report 1013 (1946)], und
- Kondensationsprodukte aus Diphenylderivaten und Formaldehyd wie sie z.B. in US-A-4202838 beschrie-

– Kondensationsprodukte aus Diphenyliodonium- und Uraldehyd wie sie z.B. in US-A-4202838 beschrieben sind.

Der Säurerest der amionischen Verbindungen liegt in der Regel in Salzform, d.h. als Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalz vor. Beispiele für solche Salze sind Lithium-, Natrium-, Kalium-, Ammonium-, Trimethylamin-, Aethanolamin-, Diethanolamin- oder Triethanolaminsalze.

Als Komponente (c) sind die Verbindungen zu nennen, welche aus der Gruppe der (ca) Alkylenoxidaddukte der Formel

45



50

5 worin Y₁, C₁-C₁₂-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeutet,
"Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht und
m₁ bis 4 und n₁ 4 bis 50 sind
(cb) Alkylenoxiaddukte an

EP 0 468 921 A1

(cba) gesättigte oder ungesättigte 1-6-wertige aliphatische Alkohole,

(ccb) Fettsäuren,

(cbc) Fettamine,

(cbd) Fettamide,

(cbe) Diamine,

(cbf) Sorbitanester,

5 (cc) Alkylenoxid-kondensationsprodukte (Blockpolymerivate)

(cd) Polymerate von Vinylpyrrolidon, Vinylacetat oder Vinylalkohol und

(ce) Co- oder Ter-polymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat und/oder Vinylalkohol, ausgewählt sind.

10 Bevorzugte erfundungsgemäße Dispersionen enthalten die Komponenten (b) und (c) in einem Verhältnis

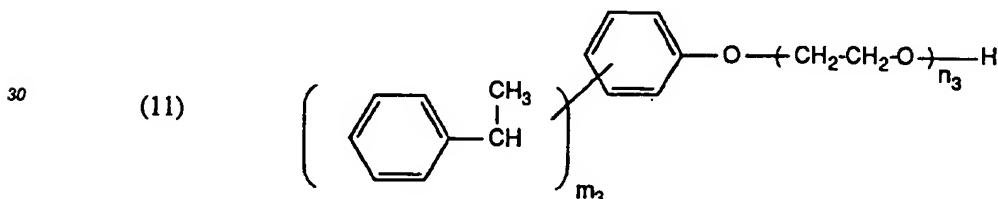
(b):(c) von 20:1 bis 1:20, vorzugsweise 5:1 bis 1:5.

Gut geeignete Komponenten (ca) sind Polyaddukte von 4 bis 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines Phenols, das mindestens eine C₄-C₁₂-Alkylgruppe, eine Phenylgruppe, eine Tolylgruppe, eine α-Tolyethylgruppe, eine Benzylgruppe, eine α-Methylbenzylgruppe oder eine α,α-Dimethylbenzylgruppe aufweist, wie z.B. Butylphenol, Tributylphenol, Octylphenol, Nonylphenol, Dinonylphenol, o-Phenylenphenol, Benzylphenol, Dibenzylphenol, α-Tolyethylphenol, Dibenzyl-(nonyl)-phenol, α-Methylbenzylphenol, Bis-(α-Methylbenzyl)-phenol oder Tris-(α-methylbenzyl)-phenol, wobei diese Addukte einzeln oder in Mischung verwendet werden können.

Von besonderem Interesse als Komponente (ca) sind Addukte von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol, an 1 Mol Dinonylphenol oder besonders an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 20 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenole hergestellt werden.

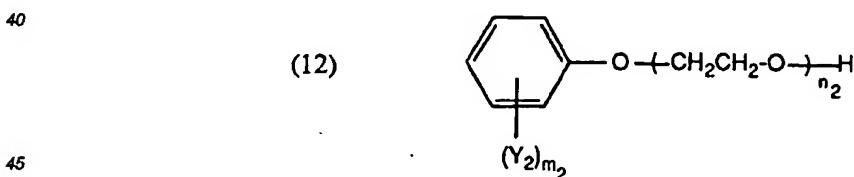
Die Herstellung der Styrolanlagerungsprodukte erfolgt in bekannter Weise vorzugsweise in Gegenwart von Katalysatoren, wie Schwefelsäure, p-Toluolsulfonsäure oder vor allem Zinkchlorid. Als Styrole kommen zweckmässigerweise Styrol, α-Methylstyrol oder Vinyltoluol (4-Methylstyrol) in Betracht. Beispiele für die Phenole sind Phenol, Kresole oder Xylenole.

25 Ganz bevorzugt sind Ethylenoxidaddukte der Formel (11)



35 worin m₃ 1 bis 3 und n₃ 8 bis 30 bedeuten.

Beispiele für solche Addukte sind weiter oben angegeben. Ebenfalls bevorzugt sind Ethylenoxidaddukte der Formel



45 worin Y₂ C₄-C₁₂-Alkyl, Phenyl, Tolyl, Toly-C₁-C₃-alkyl oder Phenyl-C₁-C₃-alkyl, wie z.B. α-Methyl- oder α,α-Dimethylbenzyl bedeutet, und m₂ 1 bis 3 und n₂ 4 bis 40 sind.

50 Die nichtionogene Komponente (cb) ist vorteilhaftweise

– ein Alkylenoxidanlagerungsprodukt von 1 bis 100 Mol Alkylenoxid, z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, an 1 Mol eines aliphatischen Monoalkohols mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen, eines 3- bis 6-wertigen aliphatischen Alkohols oder eines gegebenenfalls durch Alkyl, Phenyl, α-Tolyethyl, Benzyl, α-Methylbenzyl oder α,α-Dimethylbenzyl substituierten Phenols (cba);

55 – ein Alkylenoxidanlagerungsprodukt von 1 bis 100, vorzugsweise 2 bis 80 Mol Ethylenoxid wobei einzelne Ethylenoxideinheiten durch substituierte Epoxide, wie Styroxid und/oder Propylenoxid, ersetzt sein können, an höhere unbesättigte oder gesättigte Monoalkohole (cba), Fettsäuren (ccb), Fettamine (cbc) oder Fettamide (cbd) mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen;

EP 0 468 921 A1

– ein Alkyl noxidanlag rungsprodukt, vorzugsweise ein Ethylenoxid-Propylenoxid-Addukt an Ethyl ndiamin (cb);

– in thoxyliertes Sorbitan ster mit langketigen Estergruppen, wie z.B. Polyoxiethylen-Sorbitanmonolaurat mit 4 bis 20 Ethylenoxideinheiten oder Polyoxiethylen-Sorbitantrioleat mit 4 bis 20 Ethylenoxideinheiten (cbf).

Bevorzugte Komponenten (cc) sind Ethylenoxidaddukte an Polypropylenoxid (sogenannte EO-PO-Blockpolymere) und Propylenoxidaddukte an Polyethylenoxid (sogenannte umgekehrte EO-PO-Blockpolymere).

Besonders bevorzugt sind Ethylenoxid-Propylenoxid-Blockpolymere mit Molekulargewichten der Polypropylenoxidbasis von 1700 bis 4000 und einem Ethylenoxidegehalt im Gesamt molekül von 30-80 %, insbesondere 60-80 %.

Ausser den Komponenten (a) (b) und (c) kann die erfindungsgemäss Dispersion zweckmässig zusätzlich als Komponente (d) ein Stabilisierungs- oder Verdickungsmittel enthalten.

Als Komponente (d) eignen sich insbesondere Carboxylgruppen enthaltende Polymerisate. Diese werden in Form von 0,5 bis 10 %igen, vorzugsweise 0,5 bis 5 %igen wässrigen Lösungen oder Dispersionen, bezogen auf die Lösung oder Dispersion eingesetzt.

Diese Polymerisate stellen vorteilhafterweise polymerisierte ethylenisch ungesättigte Mono- oder Dicarbonsäuren von 3 bis 5 Kohlenstoffatomen, wie z.B. Polyacrylsäure oder Polymerisate von Methacrylsäure, Crotonsäure, Itaconsäure, Teraconsäure, Maleinsäure bzw. deren Anhydrid, Fumarsäure, Citraconsäure oder Mesaconsäure, Copolymerisate aus Olefinen, z.B. Ethylen oder Propylen, Diketene, Acrylsäureestern, Methacrylsäureestern oder Acrylamiden und den vorgenannten Monomeren einschliesslich der Acrylsäure oder Copolymerisate der Acrylsäure mit Methacrylsäure, Methacrylnitril oder Vinylmonomeren, wie z.B. Vinylphosphonsäure, Copolymerisate aus Maleinsäure und Styrol, Maleinsäure und einem Vinylether oder Maleinsäure und einem Vinylester z.B. Vinylacetat oder Copolymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat oder Vinylpropionsäure dar.

Die Verdickungsmittel bildenden carboxylgruppenhaltigen Polymerisate können ein Molekulargewicht von 0,5 bis 6 Millionen haben.

Als besonders brauchbare Komponenten (d) haben sich Lösungen von Polyacrylsäure oder auch Copolymerisate aus Acrylsäure und Acrylamid gezeigt, wobei das entsprechende Molekulargewicht von 0,5 bis 6 Millionen schwanken kann. Die Copolymerisate weisen vorteilhafterweise ein Molverhältnis Acrylsäure:Acrylamid von 1:0,8 bis 1:1,2 auf. Als Komponente (d) kann ebenfalls ein teilweise hydrolysiertes Polymaleinsäureanhydrid verwendet werden. Dieses liegt in der Regel teilweise in Form eines wasserlöslichen Salzes vor und besitzt ein Molgewicht, das vorzugsweise zwischen 300 und 5000 liegt.

Weitere als Komponente (d) brauchbare Verdickungsmittel sind Polysaccharide, wie z.B. Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Methyl- oder Ethylhydroxyethylcellulose, Johanniskernmehlether oder Stärkeether sowie Alginate, Polyethylenglykole, Polyvinylpyrrolidone, Polyvinylalkohole oder auch feinverteilte Kiesel säure vorzugsweise mit spezifischer Oberfläche von 50 bis 380 m²/g und Schichtsilikate, wie z.B. Bentonite, Bentone, Smektite, Montmorillonite. Gut geeignet sind auch anionische Heteropolysaccharide, die aus den Monosacchariden Glukose und Mannose und Glucuronsäure gebildet sind.

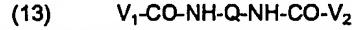
Die Mengen dieser Zusatzbestandteile (d) liegen im allgemeinen von 0,05 bis 8 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 4 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte wässrige Dispersion vor.

Neben den Komponenten (a), (b) und (c) oder (a), (b), (c) und (d) kann die erfindungsgemäss wässrige Dispersion noch zusätzlich Antischaummittel, konservierungsmittel oder Gefrierschutzmittel enthalten.

Die anionischen und nichtionischen Verbindungen können allein oder untereinander kombiniert zur Anwendung kommen.

Als Antischaummittel können die erfindungsgemässen Dispersionen Silikonöle sowie auch Entschäumer auf der Basis von Tributylphosphat, 2-Ethylhexanol oder Tetramethyl-5-decin-diolen (=Surfynol) enthalten.

Bevorzugte Antischaummittel sind Alkyldiamide. Diese entsprechen zweckmässigerweise der Formel



in der V₁ und V₂, unabhängig voneinander, je einen aliphatischen Rest mit 9 bis 23 Kohlenstoffatomen und Q einen Alkylenrest mit 1 bis 8, vorzugsweise 1, 2 oder 3 Kohlenstoffatomen bedeuten.

Das Alkyldiamid kann als Einzelverbindung oder in Form eines Gemisches vorhanden sein.

Die aliphatischen Reste V₁ und V₂ können geradkettig oder verzweigt sein. Sie stellen zusammen mit der CO-Gruppe vorteilhafterweise den Säurerest einer ungesättigten oder vorzugsweise gesättigten aliphatischen Carbonsäure mit 10 bis 24 Kohlenstoffatomen dar. Als aliphatische Carbonsäuren seien beispielsweise Caprin-, Laurin-, Kokosfett-, Myristin-, Palmkernfettsäure, Palmitin-, Talgfett-, Oel-, Ricinolein-, Linol-, Linolen-, Stearin-, Arachin-, Arachidon-, Behen-, Eruga- oder Lignocerinsäure genannt. Behensäure und besonders Stearinäure sind bevorzugt.

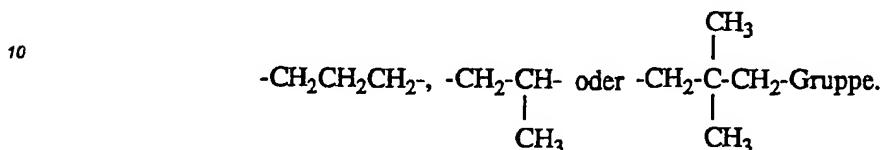
Es können auch Gemische dieser Säuren verwendet werden, wie sie bei der Spaltung von natürlichen

EP 0 468 921 A1

Oelen oder Fetten gewonn n werden. Kokosf ttsäure, Palmkernfetsäure, Palmitin-/Stearinsäuregemische, Talgfetsäur und Arachin-/Behensäuregemische sind b sonders bevorzugte Gemische.

Vorzugsweise bedeuten V₁ und V₂ jeweils inen Alkylrest mit 9 bis 23 Kohlenstoffatom n und insbesondere mit 15 bis 21 Kohlenstoffatomen.

5 Q stellt insbesondere eine Alkylengruppe dar, die 2 bis 5 Kohlenstoffatome enthält und geradkettig oder verzweigt sein kann. Es handelt sich beispielsweise um die -CH₂CH₂-,



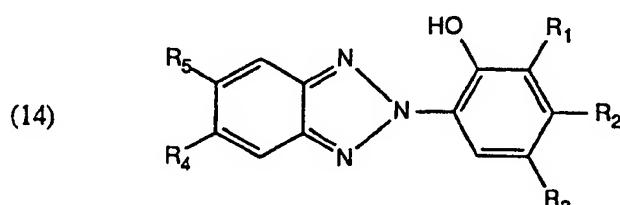
15 Typische Veraeter für Alkylendiamide als Antischäummittel sind Methylen-bis-stearinsäureamid, Ethylen-bis-stearinsäureamid oder Ethylen-bis-behensäureamid.

Das Alkylendiamid ist vorzugsweise in einer Menge von 0,2 bis 3 Gewichtsprozent in der Dispersion vorhanden.

20 Als Konservierungsmittel, die in den erfindungsgemässen Dispersionen enthalten sein können, können die verschiedensten handelsüblichen Produkte, wie wässrige Lösungen von Formaldehyd, 6-Acetoxy-2,4-dimethyldioxan, 1,2-Benzisothiazolin-3-on und besonders 2-Chloracetamid in Betracht kommen.

25 Als Gefrierschutzmittel, die den erfindungsgemässen Dispersionen zur Erhaltung der Fließfähigkeit bei tiefen Temperaturen und zur Verhinderung des Ausfrierens von Wasser zugesetzt werden können, seien Glykole oder Polyole, wie z.B. Ethylenglykol, Propylenglykol bzw. Glyzerin sowie Polyethylenglykole, wie z.B. Di-, Tri- oder Tetraethylenglykol genannt. Ein bevorzugtes Antifrostmittel ist Propylenglykol.

30 Die Komponente (a) kann auch als Mischung der s-Triazinverbindungen der Formel (1) mit anderen UV-Absorbern aus den Klassen der schwerlöslichen Benzotriazole und Benzophenone eingesetzt werden. Solche UV-Absorber sind z.B. in den US-A-3,004,896, 3,074,910, 4,127,586 und 4,557,730 beschrieben. Als Benzotriazole kommen z.B. solche der Formel (14)



40

worin

R₁ Wasserstoff, C₁-C₁₂-Alkyl, Chlor, C₆-C₈-Cycloalkyl oder C₇-C₉-Phenylalkyl,

R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Chlor oder Hydroxy,

45 R₃ C₁-C₁₂-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Phenyl, (C₁-C₈-Alkyl)-phenyl, C₆-C₈-Cycloalkyl, C₂-C₉-Alkoxy carbonyl, Chlor, Carboxyethyl oder C₇-C₉-Phenylalkyl,

R₄ Wasserstoff, Chlor, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder C₂-C₉-Alkoxy carbonyl, und

R₅ Wasserstoff oder Chlor

bedeuten, und als Benzophenone solche der Formel (15)

50

EP 0 468 921 A1

in einem Mischer anteigt und nach allfälliger Zugabe der gewünschten Zusatzbestandteile wie nichtionische Tenside (c), weiterer anionische und/oder nichtionischer Verbindungen einschliesslich der Antischaummittel, konservierungsmittel und Gefrierschutzmittel 1 bis 30, vorzugsweise 1 bis 10 Stunden lang dispergiert. Die Dispergierung wird vorteilhafterweise durch Einwirkung von hohen Scherkräften z.B. durch Mahlen in einer kugel-, Sand- oder Perlühle durchgeführt. Nach dem Mahlen kann eine wässrige Lösung des Stabilisierungs- oder Verdickungsmittels (Komponente (d)) und gewünschtenfalls noch Wasser zugesetzt werden, worauf bis zur gleichmässigen Verteilung gerührt wird.

Die erfindungsgemässen Dispersionen zeichnen sich durch gute Transport- und Lagerstabilität aus. Sie sind insbesondere sehr stabil bei höheren Temperaturen bis zu 130°C, wenn sie in Färbebädern eingesetzt werden.

Verwendung findet die erfindungsgemässen Dispersion je nach dem Farbstoff beim Färben von Synthesefasern. Das Färbeverfahren wird jeweils in üblicher Weise durchgeführt. Die erfindungsgemässen Dispersion wird in ein wässriges Bad langsam unter Röhren eingetragen, wonach die Flotte nach dem Zusatz vom Farbstoff zum Färben bereitgestellt ist.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch ein Verfahren zum Färben von synthetischem Fasermaterial mit kationischen oder Dispersionsfarbstoffen. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass man dieses Material in Gegenwart der erfindungsgemässen Hilfsmitteldispersion färbt.

Die Einsatzmengen, in denen die erfindungsgemässen Hilfsmitteldispersion den Färbebädern zugesetzt wird, bewegen sich von 0,5 bis 10 %, vorzugsweise 1 bis 5 % vom Warenge wicht.

Als Fasermaterial, insbesondere Textilmaterial, das in Gegenwart des neuen als Lichtschutzmittel verwendeten Hilfsmittelgemisches gefärbt werden kann, sind z.B.

Celluloseesterfasern, wie Cellulose-2 1/2-acetatfasern und -triacetatfasern; aromatische Polyamidfasern, die sich z.B. von Poly-(metaphenylen-isophthalamid) ableiten, sauer modifizierte Polyesterfasern und besonders lineare Polyesterfasern zu erwähnen. Dabei werden Celluloseester- und Polyesterfasern bevorzugt mit Dispersionsfarbstoffen und sauer modifizierte Polyesterfasern und aromatische Polyamidfasern bevorzugt mit kationischen Farbstoffen gefärbt.

Unter linearen Polyesterfasern sind dabei Synthesefasern zu verstehen, die z.B. durch Kondensation von Terephthalsäure mit Ethylenglykol oder von Isophthalsäure oder Terephthalsäure mit 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan erhalten werden, sowie Mischpolymere aus Terephthal- und Isophthalsäure und Ethylenglykol. Der in der Textilindustrie bisher fast ausschliesslich eingesetzte lineare Polyester besteht aus Terephthalsäure und Ethylenglykol. Sauer modifizierte Polyesterfasern sind beispielsweise Polykondensationsprodukte von Terephthalsäure oder Isophthalsäure, Ethylenglykol und 1,2-Dihydroxy-3-beziehungsweise 1,3-Dihydroxy-2-(3-natriumsulfopropoxy)-propan, 2,3-Dimethylol-1-(natriumsulfopropoxy)-butan, 2,2-Bis-(3-natriumsulfopropoxyphenyl)-propan oder 3,5-Dicarboxy-benzolsulfonsäure bzw. sulfonierter Terephthalsäure, sulfonierter 4-Methoxybenzolcarbonsäure oder sulfonierter Diphenyl-4,4'-dicarbonsäure.

Die Fasermaterialien können auch als Mischgewebe unter sich oder mit anderen Fasern, z.B. Mischungen aus Polyacrylnitril/Polyester, Polyamid/Polyester, Polyester/Baumwolle, Polyester/Viskose, Polyester/Wolle und Polyester/Polyacrylnitril/Polyamid verwendet werden.

Das zu färbende Textilmaterial kann sich in verschiedenen Verarbeitungsstadien befinden. Beispielsweise kommen in Betracht: loses Material, Stückware, wie Gewirke oder Gewebe, Garn in Wickel- oder Muff-Form. Letztere können Wickeldichten von 200 bis 600 g/dm³, insbesondere 400 bis 450 g/dm³, aufweisen.

Die für das erfindungsgemässen Verfahren geeigneten kationischen Farbstoffe können verschiedenen Farbstoffklassen angehören. Insbesondere handelt es sich um die gebräuchlichen Salze, beispielsweise Chloride, Sulfate oder Metallhalogenide, wie z.B. Zinkchloriddoppelsalze von kationischen Farbstoffen, deren kationischer Charakter z.B. von einer Carbonium-, Oxonium-, Sulfonium- oder vor allem Ammoniumgruppe herrührt. Beispiele für solche chromophore Systeme sind Azofarbstoffe, vor allem Monoazo- oder Hydrazonfarbstoffe, Diphenylmethan-, Triphenylmethan-, Methin- oder Azomethinfarbstoffe, Cumarin-, Ketonimin-, Cyanin-, Azin-, Xanthen-, Oxazin- oder Thiazinfarbstoffe. Schliesslich können auch Farbsalze der Phthalocyanin- oder Anthraquinonreihe mit externer Oniumgruppe, beispielsweise einer Alkylammonium- oder Cycloammoniumgruppe sowie Benzo-1,2-pyranfarbsalze, die Cycloammoniumgruppen enthalten, verwendet werden.

Die zu verwendenden Dispersionsfarbstoffe, die in Wasser nur sehr wenig löslich sind und in der Farbflotte zum grössten Teil in Form einer feinen Dispersion vorliegen, können den verschiedensten Farbstoffklassen angehören, beispielsweise den Acridon-, Azo-, Anthrachinon-, Cumarin-, Methin-, Perinon-, Naphthochinonimin-, Chinophthalon-, Styryl- oder Nitrofarbstoffen.

Es können auch Mischungen von kationischen oder Dispersionsfarbstoffen erfindungsgemäss eingesetzt werden.

Die Menge der der Flotte zuzusetzenden Farbstoffe richtet sich nach der gewünschten Farbstärke; im allgemeinen haben sich Mengen von 0,01 bis 10, vorzugsweise 0,02 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das

EP 0 468 921 A1

ingesetzte Textilmaterial, b währt.

Die erfindungsgemäss zu verwendenden Hilfsmittel können auch in Mischung mit b kannten Diffusionsbeschleunigern auf Basis von z.B. Di- oder Trichlorbenzol, Methyl- oder Ethylbenzol, o-Phenylphenol, Benzylphenol, Diphenylether, Chlordiphenyl, Methyldiphenyl, Cyclohexanon, Acetophenon, Alkylphenoxyethanol,

5 Mono-, Di- oder Trichlorphenoxyethanol oder -propanol, Pentachlorphenoxyethanol, Alkylphenylbenzoate, oder insbesondere auf Basis von Diphenyl, Methyldiphenylether, Dibenzylether, Methylbenzoat, Butylbenzoat oder Phenylbenzoat eingesetzt werden.

Die Diffusionsbeschleuniger werden vorzugsweise in einer Menge von 0,5 g bis 5 g/l Flotte oder 5 bis 30 Gewichtsprozent, bezogen auf die Hilfsmitteldispersion, verwendet.

10 Die Farbbäder können je nach dem zu behandelnden Textilmaterial neben den Farbstoffen und dem erfindungsgemässen Hilfsmittelgemisch, Oligomereninhibitoren, Antischaummittel, Faltenfreimittel, Retarder und vorzugsweise Dispergiertmittel enthalten.

Die Dispergiertmittel dienen vor allem zur Erzielung einer guten Feinverteilung der Dispersionsfarbstoffe. Es kommen die beim Färben mit Dispersionsfarbstoffen allgemein gebräuchlichen Dispergatoren in Frage.

15 Als Dispergiertmittel kommen vorzugsweise sulfatierte oder phosphatierte Anlagerungsprodukte von 15 bis 100 Mol Ethylenoxid oder vorzugsweise Propylenoxid an mehrwertige, 2 bis 6 Kohlenstoffatome aufweisende aliphatische Alkohole wie z.B. Ethylenglykol, Glycerin oder Pentaerythrit oder an mindestens zwei Aminogruppen oder eine Aminogruppe und eine Hydroxylgruppe aufweisende Amine mit 2 bis 9 Kohlenstoffatomen sowie Alkylsulfonate mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, Alkylbenzolsulfonate mit geradkettiger oder 20 verzweigter Alkylkette mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, wie z.B. Nonyl- oder Dodecylbenzolsulfonat, 1,3,5,7-Tetramethyloctylbenzolsulfonat oder Octadecylbenzolsulfonat, sowie Alkylnaphthalinsulfonate oder Sulfobornsteinsäureester, wie Natriumdioctylsulfosuccinat, in Betracht.

25 Besonders günstig haben sich als anionische Dispergiertmittel Ligninsulfonate, Polyphosphate und vorzugsweise Formaldehyd-Kondensationsprodukte aus aromatischen Sulfonsäuren, Formaldehyd und gegebenenfalls mono- oder bifunktionellen Phenolen wie z.B. aus Kresol, β-Naphtholsulfonsäure und Formaldehyd, aus Benzolsulfonsäure, Formaldehyd und Naphthalinsulfonsäure, aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd oder aus Naphthalinsulfonsäure, Dihydroxydiphenylsulfon und Formaldehyd erwiesen. Bevozugt ist das Dinatriumsalz des Di- oder Tri-(6-sulfonaphthyl-2)-methans.

30 Es können auch Gemische von anionischen Dispergiertmitteln zum Einsatz kommen. Normalerweise liegen die anionischen Dispergiertmittel in Form ihrer Alkalimetallsalze, Ammoniumsalze oder Aminsalze vor. Diese Dispergiertmittel werden vorzugsweise in einer Menge von 0,5 bis 8 g/l Flotte verwendet.

35 Die Färbbäder können auch übliche Zusätze, zweckmässig Elektrolyte wie Salze, z.B. Natriumsulfat, Ammoniumsulfat, Natrium- oder Ammoniumphosphate oder -polyphosphate, Metallchloride oder -nitratre wie Calciumchlorid, Magnesiumchlorid bzw. Calciumnitrate, Ammoniumacetat oder Natriumacetat und/oder Säuren, z.B. Mineralsäuren, wie Schwefelsäure oder Phosphorsäure, oder organische Säuren, zweckmässig niedere aliphatische Carbonsäuren, wie Ameisen-, Essig- oder Oxalsäure enthalten. Die Säuren dienen vor allem der Einstellung des pH-Wertes der erfindungsgemäss verwendeten Flotten, der in der Regel 4 bis 6,5, vorzugsweise 4,5 bis 6, beträgt.

40 Die Färbungen erfolgen mit Vorteil aus wässriger Flotte nach dem Ausziehverfahren. Das Flottenverhältnis kann dementsprechend innerhalb eines weiten Bereiches gewählt werden, z.B. 1:3 bis 1:100, vorzugsweise 1:7 bis 1:50. Die Temperatur, bei der gefärbt bzw. aufgeheizt wird, beträgt mindestens 70°C und in der Regel ist sie nicht höher als 140°C. Vorzugsweise liegt sie im Bereich von 80 bis 135°C.

45 Lineare Polyesterfasern und Celluloseacetatfasern färbt man vorzugsweise nach dem sogenannten Hochtemperaturverfahren In geschlossenen und zweckmässigerweise auch druckbeständigen Apparaturen bei Temperaturen von über 100°C, bevorzugt zwischen 110 und 135°C, und gegebenenfalls unter Druck. Als geschlossene Gefässe eignen sich beispielsweise Zirkulationsapparaturen wie Kreuzspul- oder Baumfärbapparate, Haspelküfen, Düsen- oder Trommelfärbemaschinen, Muff-Färbeapparate, Paddeln oder Jigger.

50 Cellulose-2 1/2-acetatfasern färbt man vorzugsweise bei Temperaturen von 80-85°C. Die Färbung der aromatischen Polyamidfasern oder sauer modifizierten Polyesterfasern wird vorzugsweise bei einer Temperatur von 80 bis 130°C vorgenommen.

55 Das Färbeverfahren kann so durchgeführt werden, dass man das Färbegut entweder zuerst mit dem Hilfsmittelgemisch kurz behandelt und anschliessend färbt oder vorzugsweise gleichzeitig mit dem Hilfsmittelgemisch und dem Farbstoff behandelt.

Vorzugsweise lässt man das Färbegut während 5 Minuten bei 60-80°C im Bad, das den Farbstoff, das Hilfsmittelgemisch und gegebenenfalls weitere Zusätze enthält und auf einen pH-Wert von 4,5 bis 5,5 eingestellt ist, vorlaufen, steigert die Temperatur innerhalb von 15 bis 35 Minuten auf 110 bis 135°C, vorzugsweise 125-130°C und belässt die Färbeflotte 15 bis 90 Minuten, vorzugsweise 30 bis 60 Minuten, bei dieser Temperatur.

Die Fertigstellung der Färbungen erfolgt durch Abkühlen der Färbeflotte auf 60 bis 80°C, Spülen der Fär-

EP 0 468 921 A1

bungen mit Wasser und gegebenenfalls durch Reinigung auf übliche Weise im alkalischen Medium unter reduktiven Bedingungen. Die Färbungen werden dann wiederum gespült und getrocknet.

Man erhält auf synthetischem Fasermaterial, insbesondere auf linearen Polyesterfasern, gleichmässige und farbkraftige Ausfärbungen, die sich zudem durch gute Lichtechnik und Reibechtheiten auszeichnen.

5 Während des Färbens bleibt die Färbeflotte stabil und entstehen keine Ablagerungen im Inneren der Färbeapparaturen.

In den folgenden Beispielen sind die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente.

Beispiel 1

10 In einer Sandmühle werden

35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin

14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3

15 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

51 Teile Wasser gemischt.

Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

20 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 2

25 In einer Sandmühle werden

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl-)5-chlorobenzotriazol

14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3

30 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

51 Teile Wasser gemischt.

Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

35 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion

Beispiel 3

40 In einer Sandmühle werden

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon

14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3

45 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und

51 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist und, anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.

50 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25 Teilen einer 1 %igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 4

55 In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,

10,0 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Na-Ditolyethersulfonat und Formaldehyd,

1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,

EP 0 468 921 A1

1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propyl nioxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und
 5 53,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 5

In einer Sandmühle werden
 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 15 10,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes von Phenol, Ligninsulfonat und Formaldehyd,
 1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,
 1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und
 20 53,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.
 25 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 6

In einer Sandmühle werden
 30 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 10,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes eines Kresol-Isomeren-Gemisches mit Formaldehyd,
 1,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol,
 1,0 Teil eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 2050 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 50 % (EO-PO-Blockpolymer) und
 35 53,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 40 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 7

45 In einer Sandmühle werden
 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 3,0 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfinsäure mit Formaldehyd,
 10,0 Teile eines Anlagerungsprodukts von Ethylenoxid an das Anlagerungsprodukt von Propylenoxid an Propylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht des Polypropylenoxidanteils von ca. 3250 und einem Anteil des Polyethylenoxids im Molekül von ca. 20 % (EO-PO-Blockpolymer) und
 50 52,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 55 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

EP 0 468 921 A1

Beispiel 8

In einer Sandmühle werden

5 30,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 2,5 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonsäure mit Formaldehyd,
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 17 Mol Ethylenoxid an Sorbitantrioleat,
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 4 Mol Ethylenoxid an Sorbitanmonolaurat,
 2,5 Teile des Natriumsalzes des Umsetzungsprodukts von Phosphorpentoxid mit dem Anlagerungsprodukt von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und
 10 53,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 83,3 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 12,5 Teilen einer 2 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis und 4,2 Teilen Wasser homogenisiert.
 15 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 9

In einer Sandmühle werden

20 35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin
 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und
 51 Teile Wasser gemischt.
 25 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 10

In einer Sandmühle werden

35 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorobenzotriazol
 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und
 51 Teile Wasser gemischt.
 40 Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 11

In einer Sandmühle werden

50 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon
 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und
 51 Teile Wasser gemischt.
 55 Die Mischung wird solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist und, anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert. Man erhält eine lagerstabile

EP 0 468 921 A1

Dispersion.

Beispiele 12-21

5 Man verfährt wie in den Beispielen 1 bis 7 und 9 bis 11 beschrieben und homogenisiert je 71,4 Teile der erhaltenen Dispersionen unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid. Die erhaltenen Dispersionen sind lagerstabil.

10 Beispiel 22

In einer Sandmühle werden
 30,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 2,5 Teile des Natriumsalzes eines Kondensationsproduktes aus Naphthalinsulfonsäure mit Formaldehyd,
 15 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 17 Mol Ethylenoxid an Sorbitantrioleat,
 6,0 Teil eines Anlagerungsproduktes von 4 Mol Ethylenoxid an Sorbitanmonolaurat,
 2,5 Teile des Natriumsalzes des Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit dem Anlagerungsprodukt von 9 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und
 53,0 Teile Wasser gemischt.
 20 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 83,3 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 12,5 Teilen einer 2 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 3,9 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

25 Beispiel 23

In einer Sandmühle werden
 35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin
 30 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis- (stearamid) und
 48,2 Teile Wasser gemischt.
 35 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

40 Beispiel 24

In einer Sandmühle werden
 17,5 Teile 2- (2'-Hydroxy-4'-propoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 45 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorobenzotriazol
 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und
 50 48,2 Teile Wasser gemischt.
 Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Rühren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.
 55 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

EP 0 468 921 A1

Beispiel 25

In einer Sandmühle werden

35 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin
 5 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und
 48,2 Teile Wasser gemischt.

10 Hierauf wird die Mischung mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 26

In einer Sandmühle werden

17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 20 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-3'-tert.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorobenzotriazol
 14 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol,
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und
 25 48,2 Teile Wasser gemischt.

Als dann wird die Mischung solange gemahlen, bis die Partikelgrösse < 5 µm ist, und anschliessend die Dispersion vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharidbasis, 3,3 Teilen Wasser und 0,3 Teilen Chloracetamid homogenisiert.
 30 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 27

In einer Sandmühle werden

35 17,5 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 17,5 Teile 2-Hydroxy-4-octyloxy-benzophenon,
 10,0 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Ditolylethersulfonat und Formaldehyd und
 55,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 1 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,6 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 28

In einer Sandmühle werden

35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 9,1 Teile eines salzfreien Kondensationsproduktes aus Ditolylethersulfonat und Formaldehyd,
 50 2,1 Teile des mit Triethanolamin neuualisierten Umsetzungsproduktes von Phosphorpentoxid mit einem Oxalkylierungsproduktes mit 18 Mol Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol
 2,8 Teile N,N'-Ethylen-bis-(stearamid) und
 51,0 Teile Wasser gemischt.

Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 20,0 Teilen einer 2 %-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 8,3 Teilen Wasser homogenisiert.

EP 0 468 921 A1

Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 29

5 In einer Sandmühle werden
 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 10,0 Teile eines Kondensationsproduktes eines C₁₆-C₁₈ Fettalkohols mit 25 Mol Ethylenoxid und
 55,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.
 10 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 30

In einer Sandmühle werden
 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 12,5 Teile eines Oxalkylierungsproduktes mit 18 Mol Ethylenoxideinheiten des Anlagerungsproduktes von
 20 2,5 bis 3 Mol Styrol an 1 Mol Phenol und
 53,0 Teile Wasser gemischt.
 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung
 25 eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

Beispiel 31

30 In einer Sandmühle werden
 35,0 Teile 2-(2'-Hydroxy-4'-methoxyphenyl)-4,6-diphenyl-s-triazin,
 21,0 Teile einer 33%-igen wässrigen Lösung des Natriumsalzes des Schwefelsäureesters eines Oxalkylierungsprodukts von Nonylphenol mit 25 Mol Ethylenoxideinheiten und
 44,0 Teile Wasser gemischt.
 35 Die Mischung wird mit Quarzsand solange gemahlen, bis die Partikelgrösse kleiner als 5 µ ist. Die Dispersion wird vom Quarzsand abgetrennt.
 71,4 Teile der erhaltenen Dispersion werden unter Röhren mit 25,0 Teilen einer 2%-igen wässrigen Lösung eines Biopolymeren auf Polysaccharid-Basis, 0,3 Teilen Chloracetamid und 3,3 Teilen Wasser homogenisiert.
 Man erhält eine lagerstabile Dispersion.

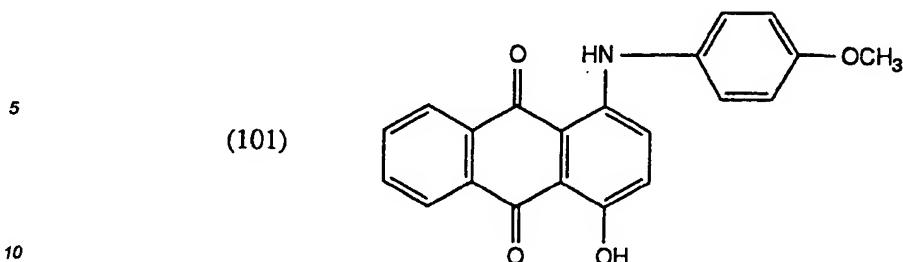
Beispiel 32

40 100 g eines Polyesterergewirkes (Polyethylenglykoltetraphthalat) werden in einem HT-Zirkulationsapparat bei 60°C in 3 Liter Wasser eingebracht, welches
 45 9 g Ammoniumsulfat
 18 g Dinatriumsalz von Di-(6-sulfonaphthyl-2-)methan
 5 g eines fein dispergierten Farbstoffes der Formel

50

55

EP 0 468 921 A1



15 3 g der gemäss Beispiel 1 hergestellten Hilfsmittelformulierung enthält und mit 85 %iger Ameisensäure auf pH 5 eingestellt ist. Man erhitzt das Färbebad, bei ständig zirkulierender Flotte, innerhalb von 30 Minuten auf 130°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Alsdann wird das Färbebad abgekühlt und das Substrat gespült und wie üblich zur Entfernung von nichtfixiertem Farbstoff reduktiv gereinigt. Anschliessend wird das Substrat neuualisiert, nochmals gespült und getrocknet. Bedingt durch die stabile mitverwendete Hilfsmittelformulierung wird während des Färbeprozesses weder ein Anstieg des Differenzdruckes festgestellt noch zeigen sich Ablagerungen im Inneren des Wickelkörpers. Man erhält somit eine gleichmässig lichtechte marineblaue Färbung.

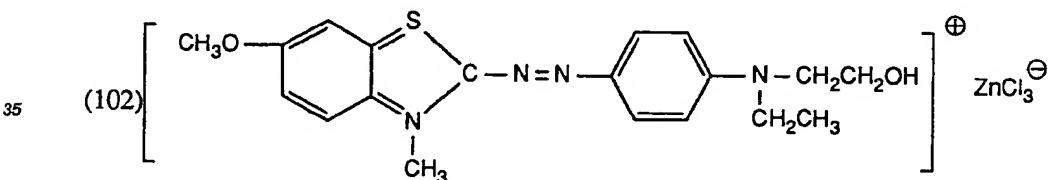
Gleichmässige lichteche marineblaue Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 1 die gemäss den Beispielen 2 bis 8 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

Beispiel 33

25

In einen Hochtemperatur-Färbeapparat enthaltend 2 Liter einer wässrigen Flotte, die
2 g eines amphoteren sulfatierten Fettaminpolyethenglykolethers,
12 g kalz. Natriumsulfat,
1,5 g eines Farbsalzes der Formel

30



40 und 3 g der gemäss Beispiel 2 hergestellten wässrigen Hilfsmitteldispersion enthält und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt ist, werden 100 g eines Dacron 64-Gewebes (säuremodifizierte Polyesterfasern) eingebracht. Man erhitzt das Färbebad innerhalb von 30 Minuten auf 120°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Als- dann wird das Färbebad auf 70°C abgekühlt, das Substrat neuualisiert, gespült und wie üblich getrocknet.

Die Färbeflotte zeigt während des Färbens keine Ausfällungen und Ablagerungen. Man erhält somit eine gleichmässige und lichtechte rote Färbung.

Gleichmässige lichte rote Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 2 die gemäss den Beispielen 1 oder 3 bis 8 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

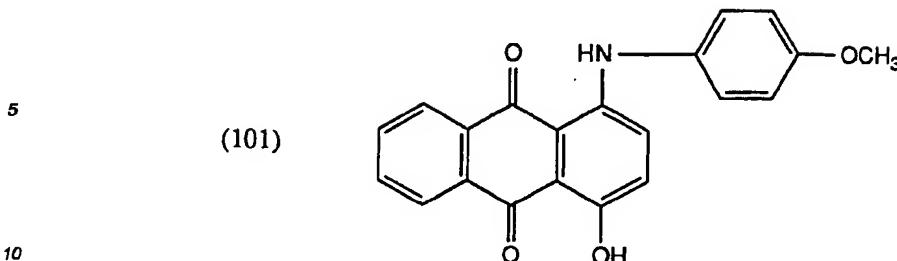
50 Beispiel 34

100 g eines Polyesterergewirkes (Polyethylenglykterephthalat) werden in einem HT-Zirkulationsapparat bei 60°C in 3 Liter Wasser eingebracht, welches

9 g Ammoniumsulfat

55 18 g Dinatriumsalz von Di-(6-sulfonaphthyl-2-)methan
5 g eines fein dispergierten Farbstoffes der Formel

EP 0 468 921 A1



15 3 g der gemäss Beispiel 9 hergestellten Hilfsmittelformulierung enthält und mit 85 %iger Ameisensäure auf pH 5 eingestellt ist. Man erhitzt das Färbebad, bei ständig zirkulierender Flotte, innerhalb von 30 Minuten auf 130°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Ansdann wird das Färbebad abgekühlt und das Subsaat gespült und wie üblich zur Entfernung von nichtfixiertem Farbstoff reduktiv gereinigt. Anschliessend wird das Substrat neuualisiert, nochmals gespült und getrocknet. Bedingt durch die stabile mitverwendete Hilfsmittelformulierung wird während des Färbeprozesses weder ein Anstieg des Differenzdruckes festgestellt noch zeigen sich Ablagerungen im Inneren des Wickelkörpers. Man erhält somit eine gleichmässige lichtechte marineblaue Färbung.

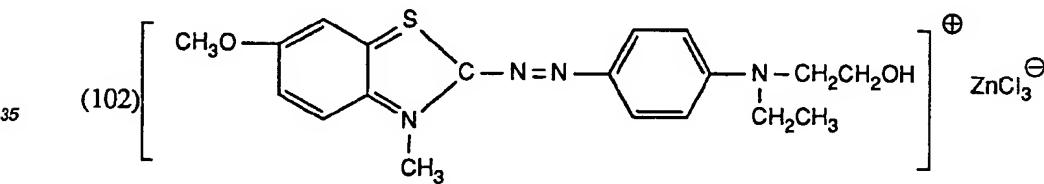
Gleichmässige lichteckte marineblaue Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 9 die gemäss den Beispielen 10 und 11 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

Beispiel 35

25

In einen Hochtemperatur-Färbeapparat enthaltend 2 Liter einer wässrigen Flotte, die
2 g eines amphoteren sulfatierten Fettaminpolyethenglykolethers,
12 g kalz. Natriumsulfat,
1.5 q eines Farbsalzes der Formel

30



40 und 3 g der gemäss Beispiel 10 hergestellten wässrigen Hilfsmitteldispersion enthält und mit Essigsäure auf pH 4,5 eingestellt ist, werden 100 g eines Dacron 64-Gewebes (säuremodifizierte Polyesterfaser) eingebracht. Man erhitzt das Färbebad innerhalb von 30 Minuten auf 120°C und färbt 1 Stunde bei dieser Temperatur. Alsdann wird das Färbebad auf 70°C abgekühlt, das Substrat neuualisiert, gespült und wie üblich getrocknet.

Die Färbeblotte zeigt während des Färbens keine Ausfällungen und Ablagerungen. Man erhält somit eine gleichmässige und lichtechte rote Färbung.

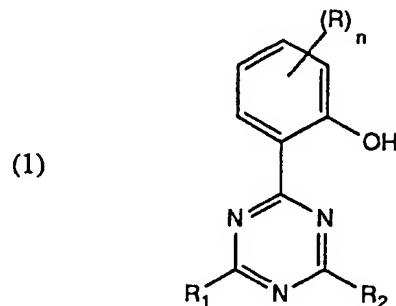
Gleichmässige lichte rote Färbungen werden auch erhalten, wenn anstelle der Hilfsmittelformulierung gemäss Beispiel 10 die gemäss den Beispielen 9 oder 11 hergestellten Hilfsmittelformulierungen eingesetzt werden.

50

Patentansprüche

1. Wässrige Dispersion einer 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-Triazinverbindung, dadurch gekennzeichnet, dass sie
(a) 5 bis 50 Gewichtsprozent einer s-Triazinverbindung der Formel

EP 0 468 921 A1



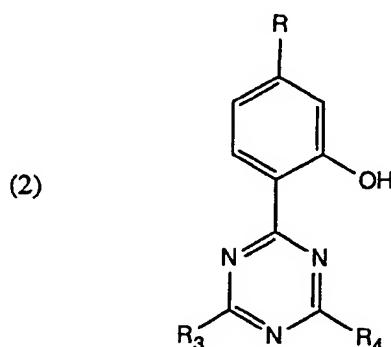
worin

15 R nieder Alkyl, nieder Alkoxy, Halogen oder Hydroxy,
R₁ und R₂ unabhängig voneinander C₁-C₁₈-Alkyl, durch Hydroxy, nieder Alkoxy, nieder Alkylothio, Amino
oder Mono- oder Di-alkylamino substituiertes C₁-C₁₈-Alkyl, Phenyl oder durch Chlor, Hydroxy, nieder
Alkyl und/oder nieder Alkoxy substituiertes Phenyl und
n=0, 1 oder 2 bedeuten.

20 n 0, 1 oder 2 bedeuten,
(b) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer anionischen Verbindung und
(c) 0 bis 18 Gewichtsprozent einer nichtionischen Verbindung enthält, mit der Massgabe, dass von den Komponenten (b) und (c) mindestens eine vorhanden sein muss.

2. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a) der Formel

25



worin

R die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung hat und

R₃ und R₄ unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, Phenyl oder durch nieder Alkyl und/oder nieder Alkoxy substituiertes Phenyl bedeuten.

45 entspricht

3. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a) der Formel

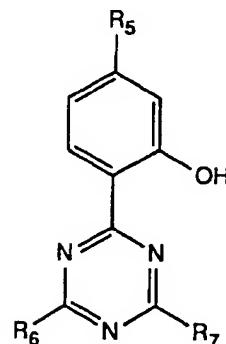
50

55

EP 0 468 921 A1

5

(3)



10

15 worin

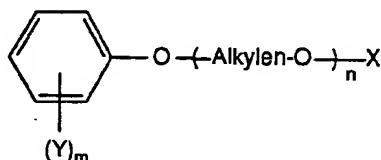
R₅ nieder Alkyl oder nieder Alkoxy undR₆ und R₇ unabhängig voneinander Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenyl bedeuten, entspricht.

20 4. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in Formel (1) R nieder Alkoxy und R₁ und R₂ je Phenyl darstellen.

25 5. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine Verbindung aus der Gruppe der
 (ba) sauren Ester oder deren Salze von Alkylenoxidaddukten der Formel

25

(4)



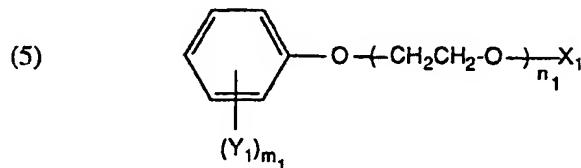
30

35 worin X den Säurerest einer anorganischen, Sauerstoff enthaltenden Säure, wie z.B. Schwefelsäure oder vorzugsweise Phosphorsäure, oder auch den Rest einer organischen Säure und Y C₁-C₁₂-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeuten, "Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht, und m 1 bis 4 und n 4 bis 50 sind,
 (bb) Polystyrolsulfonate,
 (bc) Fettsäuretauride,
 40 (bd) alkylierten Diphenyloxid -mono- oder di-sulfonate,
 (be) Sulfonate von Polycarbonsäureestern,
 (bf) mit einer organischen Dicarbonsäure, oder einer anorganischen mehrbasischen Säure in einen sauren Ester übergeführten Anlagerungsprodukt von 1 bis 60, vorzugsweise 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder Propylenoxid an Fettamine, Fettamide, Fettsäuren oder Fettalkohole je mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder an drei- bis sechswertige Alkanole mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen,
 (bg) Ligninsulfonate und
 (bh) Formaldehyd-Kondensationsprodukte, ausgewählt ist.

45 6. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine anionische Verbindung der Formel (4) ist, worin Y C₄-C₁₂-Alkyl, Benzyl oder α-Methylbenzyl bedeutet.
 50 7. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) eine Verbindung der Formel

55

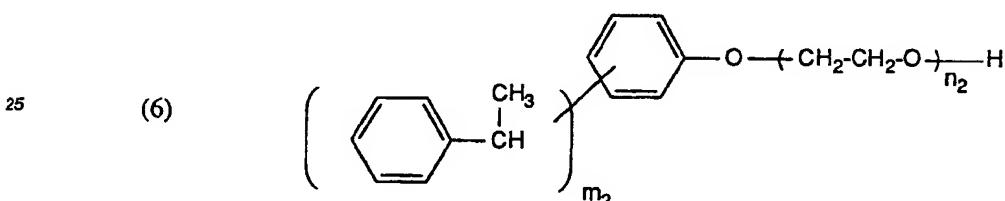
EP 0 468 921 A1



10 ist, worin Y_1 $\text{C}_4\text{-C}_{12}\text{-Alkyl}$, Phenyl, Tolyl, Phenyl- $\text{C}_1\text{-C}_3\text{-alkyl}$ oder Tolyl- $\text{C}_1\text{-C}_3\text{-alkyl}$ bedeutet,
15 X_1 ein Säurerest ist, der sich von Schwefelsäure oder Orthophosphorsäure ableitet, und
 m_1 1 bis 3 und n_1 4 bis 40 sind.

8. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) ein
15 saurer Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes von 6 bis 30 Mol Ethylenoxid
an 1 Mol 4-Nonylphenol oder Dinonylphenol oder an 1 Mol einer Verbindung, die durch Anlagerung von
1 bis 3 Mol Styrol, α -Methylstyrol oder Vinyltoluol an 1 Mol Phenol, Kresol oder Xylenol hergestellt worden
ist, ist.

9. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) ein
20 saurer Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der Formel



30 ist, worin m_2 1 bis 3 und n_2 8 bis 30 sind.

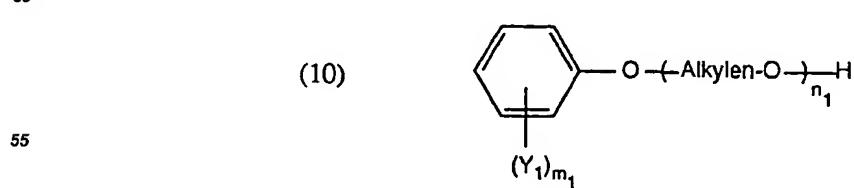
10. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Kom-
ponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure enthält.
35

11. Dispersion gemäss Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein
Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolyethersulfonat enthält.

12. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die anionische Kompo-
40 nente (b) ein Gemisch aus den Komponenten (ba) bis (bh) ist.

13. Dispersion gemäss Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die anionische Komponente (b) ein
Gemisch aus einem Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit Ditolyethersulfonat und einem sauren
45 Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der in Anspruch 9 definierten Formel
(6) ist.

14. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (c)
eine nichtionische Verbindung aus der Gruppe der
50 (ca) Alkylenoxidaddukte der Formel



EP 0 468 921 A1

worin Y_1 C₁-C₁₂-Alkyl, Aryl oder Aralkyl bedeutet,
 "Alkylen" für den Ethylenrest oder Propylenrest steht und
 m_1 , 1 bis 4 und n_1 , 4 bis 50 sind

(cb) Alkylenoxiaddukte an

5 (cba) gesättigte oder ungesättigte 1-6-wertige aliphatische Alkohole,
 (cbb) Fettsäuren,

(cbc) Fettamine,

(cbd) Fettamide,

(cbe) Diamine,

(cbf) Sorbitanester,

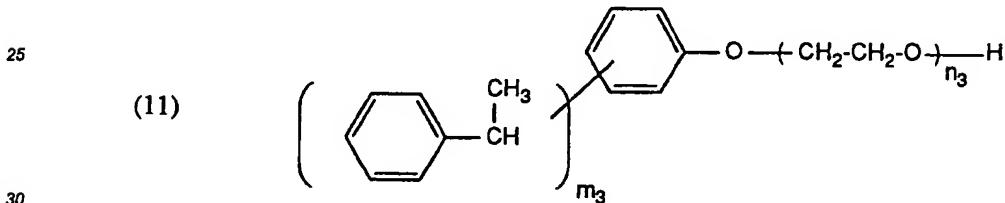
10 (cc) Alkylenoxid-Kondensationsprodukte (Blockpolymerate)

(cd) Polymerisate von Vinylpyrrolidon, Vinylacetat oder Vinylalkohol, und

(ce) Co- or Ter-polymere von Vinylpyrrolidon mit Vinylacetat und/oder Vinylalkohol.

15 15. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) ein Addukt von 8 bis 30 Mol Ethylenoxid an 1 Mol 4-Nonylphenol, an 1 Mol Dinonylphenol oder an 1 Mol von Verbindungen, die durch Anlagerung von 1 bis 3 Mol von Styrolen an 1 Mol Phenol hergestellt werden, ist.

20 16. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (c) ein Ethylenoxidaddukt der Formel



ist, worin m_3 1 bis 3 und n_3 8 bis 30 bedeuten.

35 17. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) enthält.

40 18. Dispersion gemäss Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass sie als nichtionische Komponente (c) eine Mischung aus einem Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) und einem Alkyleneoxid-Kondensationsprodukt (cc) enthält.

45 19. Dispersion gemäss Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass sie als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxid-Kondensationsprodukt (cc) enthält.

20. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) ein Kondensationsprodukt von Formaldehyd mit einer aromatischen Sulfonsäure und als nichtionische Komponente (c) ein Alkylenoxid-Addukt an Sorbitanester enthält.

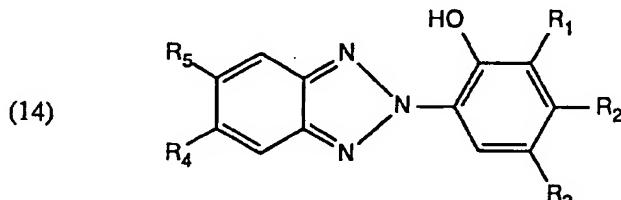
50 21. Dispersion gemäss Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass sie als anionische Komponente (b) einen sauren Phosphorsäureester oder dessen Salz des Oxalkylierungsproduktes der in Anspruch 9 definierten Formel (6) und als nichtionogene Komponente (c) ein Alkylenoxidaddukt der in Anspruch 14 definierten Formel (10) enthält.

55 22. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass sie zusätzlich als Komponente (d) ein Stabilisierungs- oder Verdickungsmittel enthält.

23. Dispersion gemäss Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (d) eine 0,5 bis 10 %ige

EP 0 468 921 A1

wässrige Lösung od r Dispersion iner polymerisierten ethylenisch-ungesättigten Mono- od r Dicarbon-säure von 3 bis 5 Kohlenstoffatomen, insb sond r Polyacrylsäure ist.



wörter

R₁ Wasserstoff, C₁-C₁₂-Alkyl, Chlor, C₅-C₈-Cycloalkyl oder C₇-C₉-Phenylalkyl.

R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Chlor oder Hydroxy.

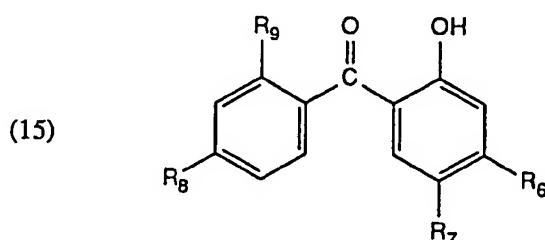
R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Chlor oder Hydroxy, R₃ C₁-C₁₂-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Phenyl, (C₁-C₆-Alkyl)-phenyl, C₅-C₆-Cycloalkyl, C₂-C₉-Alkoxycarbonyl, Chlor, Carboxethyl oder C₇-C₉-Phenylalkyl.

R₁ Wasserstoff, Chlor, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder C₂-C₆-Alkoxycarbonyl, und

R_f Wasserstoff oder Chlor

R_g Wasserstoff oder Sauerstoff
bedeutet, enthält

29. Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Komponente (a) ein Gemisch aus einer s-Triazinverbindung der Formel (1) und einer Benzophenonverbindung der Formel (15)



worin

R₆ Wasserstoff, Hydroxy, C₁-C₁₄-Alkoxy oder Phenoxy.

EP 0 468 921 A1

R₇ Wasserstoff, Halog n oder C₁-C₄-Alkyl
R₈ Wasserstoff, Hydroxy oder C₁-C₄-Alkoxy und
R₉ Wasserstoff oder Hydroxy
bedeuten, enthält.

5 30. Dispersion gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf die gesamte Dispersion,
5-50 Gewichtsprozent der Komponente (a),
0-18 Gewichtsprozent der Komponente (b),
0-18 Gewichtsprozent der Komponente (c),
10 0-5 Gewichtsprozent der Komponente (d),
0-8 Gewichtsprozent einer weiteren, von der Komponente (b) verschiedenen anionischen Kompo-
nente,
0-8 Gewichtsprozent einer weiteren von Komponente (c) verschiedenen nichtionischen Kompo-
nente,
15 0-7 Gewichtsprozent eines Antischaummittel,
0-1 Gewichtsprozent eines Konservierungsmittels und
0-20 Gewichtsprozent eines Gefrierschutzmittels.
 enthält.

20 31. Verwendung der wässrigen Dispersion gemäss einem der Ansprüche 1 bis 30 beim Färben von synthe-
tischen Fasermaterialien, insbesondere Polyesterfasern oder säuremodifizierten Polyesterfasern.

25 32. Verfahren zum Färben von Synthesefasern, vorzugsweise Polyesterfasern oder säuremodifizierte Poly-
esterfasern, enthaltendem Textilmaterial mit Dispersionsfarbstoffen bzw. kationischen Farbstoffen,
 dadurch gekennzeichnet, dass man dieses Material in Gegenwart einer wässrigen Dispersion einer s-Tria-
zinverbindung gemäss einem der Ansprüche 1 bis 30 färbt.

30

35

40

45

50

55

EP 0 468 921 A1



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 91 81 0568

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kenntzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Bereit Auspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. CL.5)
X	EP-A-280 653 (CIBA-GEIGY) * das ganze Dokument *	1-4	DD6P1/642
Y	-----	28-31	DD6P1/651
A	-----	5-25, 32	DD6P3/52
X	EP-A-345 219 (CIBA-GEIGY) * das ganze Dokument *	5-27	DD6P3/54
Y	-----	28-31	
A	-----	32	
Y	FR-A-2 546 544 (SANDOZ) * das ganze Dokument *	29-31	

RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. CL.5)			
DD6P			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Rechercheur DEN HAAG	Abschlußdatum der Recherche 02 OCTOBER 1991	Prüfer J-F DELZANT	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
P : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	A : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		